



Attorney Docket No. 05453 0037

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

RECEIVED

JUN 29 2001

TECH CENTER 1600/2900

In re Application of:

Takeshi FUKUDA et al.

Serial No.: 09/834,651

Group Art Unit: 1614

Filed: April 16, 2001

Examiner:

For: FLAKE-LIKE ALFA-ALUMINA PARTICLES AND METHOD FOR
PRODUCING THE SAME

CLAIM FOR PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:

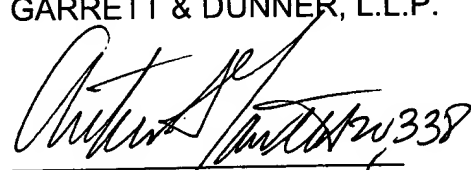
Under the provisions of 35 U.S.C. § 119, Applicants hereby claim the benefit of the filing date of Japanese Patent Application No. 2001-040237, filed February 16, 2001, and Japanese Patent Application No. 2000-114625, filed April 17, 2000 for the above-identified U.S. patent application.

In support of this claim for priority, enclosed is one certified copy of each priority application.

Respectfully submitted,

FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,
GARRETT & DUNNER, L.L.P.

By:


Ernest F. Chapman
Reg. No. 25,961

Date:
EFC/ts
Enclosures



日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

US-10016
(9691)

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年 4月17日

出願番号

Application Number:

特願2000-114625

出願人

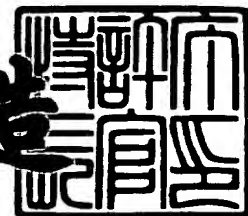
Applicant(s):

ワイケイ株式会社

2001年 4月20日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3032172

【書類名】 特許願

【整理番号】 JL0P9691

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A61K 7/02

【発明の名称】 化粧品

【請求項の数】 2

【発明者】

【住所又は居所】 富山県黒部市杓掛 8 4 4 - 2

【氏名】 福田 雄史

【発明者】

【住所又は居所】 富山県黒部市生地神区 8 6 - 3 0 3

【氏名】 紫藤 隆一

【特許出願人】

【識別番号】 000006828

【氏名又は名称】 ワイケイケイ株式会社

【代理人】

【識別番号】 100078994

【弁理士】

【氏名又は名称】 小松 秀岳

【選任した代理人】

【識別番号】 100089299

【弁理士】

【氏名又は名称】 旭 宏

【選任した代理人】

【識別番号】 100094709

【弁理士】

【氏名又は名称】 加々美 紀雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013479

特 2 0 0 0 - 1 1 4 6 2 5

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 化粧品

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 板状粒子の平均の厚みが $0.01\mu\text{m} \sim 0.1\mu\text{m}$ で、平均の粒子径が $0.5\mu\text{m} \sim 15\mu\text{m}$ の薄肉板状 α -アルミナ粒子を配合してなることを特徴とする化粧品。

【請求項 2】 薄肉板状 α -アルミナ粒子の配合量が $1 \sim 90$ 重量%であることを特徴とする請求項 1 の化粧品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、薄肉板状 α -アルミナ粒子を配合してなる化粧品に関する。特に肌に対する付着性と良好な滑り性を示す使用感と共に、シミ、ソバカスをめだたなくし、かつ、くすみのこない透明感と適度な艶と光沢を呈する化粧品に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来化粧品に配合されている顔料としては、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト等の体質顔料と、二酸化チタン、酸化亜鉛等の白色顔料と、酸化鉄、酸化クロム、群青、紺青等の着色顔料と、目的に応じて配合する微粒子酸化チタン等の紫外線遮蔽剤やチタン、マイカ等の光輝剤等が用いられている。

【0003】

体質顔料は併用する油剤の屈折率に近い隠蔽性の少ない顔料であるが、化粧料の使用感である付きや伸び、又良好な滑り性を付与し、成形性を向上させるために配合されている。白色顔料は一般に屈折率が大きいために隠蔽力があり、化粧料を塗布した際の肌のシミ、ソバカス等をカバーするために配合されている。

【0004】

着色顔料は肌に色彩を与え健康で魅力的な容貌を付与させるために配合されている。さらに目的に応じて紫外線遮蔽剤や光輝剤等も配合して使用されている。

【0005】

これら各種顔料はその化粧料の目的に応じて混合し、高級脂肪族アルコール、高級脂肪酸、エステル油、パラフィン油、ワックス等の油分、エチルアルコール、プロピレングリコール、ソルビトール、グルコース等のアルコール類、ムコ多糖類、コラーゲン類、乳酸塩等の保湿剤、各種界面活性剤、増粘剤、酸化防止剤、PH緩衝剤、防腐剤、香料等の成分を適宜加えて製造している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

上記化粧料の各種顔料の配合において、体質顔料であるタルク、マイカ、カオリン、セリサイト等は一般に天然に産するケイ酸塩類の薄片状粒子で、その粒子形状から起因する肌に塗布した際の付きや伸び、又滑り性が得られているが、それら天然品には不純物として鉄をはじめとする着色成分が含有するため、併用される油剤や皮膚からの汗により時間が経過すると透明感が低下し「くすみ」が生じてくる原因となっている。

【0007】

また体質顔料には、塗布された肌が生き生きとして自然な透明感のある艶や光沢を付与する重要な特性も同時に求められている。それに答えるべく近年粉碎マイカ等が用いられているが、この艶や光沢性は板状粒子表面の平滑性や粒子厚みによって大きく影響し、粉碎処理品では粒子平滑性が損なわれ自然な透明感のある艶や光沢付与が実現されていない。

【0008】

また白色顔料として最も多く使用されている二酸化チタンは屈折率が高いために、光散乱力が大きく隠蔽力も強い。しかしこのような高屈折率の顔料を多く配合した化粧料は、隠蔽力が強すぎるため厚化粧感を呈し自然な仕上がり感が失われる原因となっている。また二酸化チタンは一般に凝集性が強く、摩擦係数が大きいいため滑り性などの使用感を低下させる弊害も発生している。

【0009】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために鋭意研究した結果、特定の薄肉板状 α -アルミナ粒

子を化粧料に配合することにより、前述の課題を解決する化粧料が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 1 0 】

すなわち本発明は、肌に対する付着性と良好な滑り性を示す使用感と共に、シミ、ソバカスを目立たなくし、かつ、くすみのない透明感と適度な艶と光沢を呈する化粧料を提供するものである。

【 0 0 1 1 】

ここで言う、特定の薄肉板状 α -アルミナ粒子を配合することとは、板状粒子の平均の厚みが $0.01\mu\text{m}\sim 0.1\mu\text{m}$ で平均の粒子径が $0.5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ の薄肉板状 α -アルミナ粒子を配合することであり、その配合量が $1\sim 90$ 重量%であることを特徴とする化粧料である。

【 0 0 1 2 】

本明細書中において、粒子の平均の厚み、又は平均の粒子径とは、本粒子群を走査型電子顕微鏡観察より任意の 10 個の粒子を選定し、その厚み及び長径と短径を測定し、厚みはその 10 個の算術平均、粒子径は（長径+短径）/ 2 での 10 個の算術平均とした。

【 0 0 1 3 】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明で用いる薄肉板状 α -アルミナ粒子は、平均の厚みが $0.01\mu\text{m}\sim 0.1\mu\text{m}$ で、好ましくは $0.05\mu\text{m}\sim 0.1\mu\text{m}$ 未満が良い。平均の粒子径は $0.5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ で、好ましくは $1.0\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ の薄肉板状 α -アルミナ粒子を配合する。

【 0 0 1 4 】

平均の厚みが $0.1\mu\text{m}$ 以上では自然な透明感のある艶や光沢を付与することが困難になる。特に板状粒子のエッジ部が厚くなると光の乱反射が発生し透明感のある艶や光沢が著しく低下する。又、平均の厚みが $0.01\mu\text{m}$ 未満では化粧品製造工程で粒子の破壊が顕著になり、実質的に板状形状を保持し難くなり、透明感のある艶や光沢が得られにくく好ましくない。

【 0 0 1 5 】

平均の粒子径が $15\mu\text{m}$ を超えると肌にざらつきが感じられ使用感が悪くなる。又、平均の粒子径が $0.5\mu\text{m}$ 未満では付着性はあるが伸び又は滑り性が得られにくくなる。

【0016】

薄肉板状 α -アルミナ粒子の化粧料への配合量としては、 $1\sim 90$ 重量%で、好ましくは $5\sim 60$ 重量%である。 90 重量%を超えると化粧料の成形性が悪くなり、又、艶や光沢が強くなり好ましくない。又 1 重量%未満では肌に対する付着性と良好な滑り性が減少し、透明感のある艶や光沢が得られにくくなり、又、従来からの体質顔料が持つ「くすみ」が発生し易くなる。

【0017】

又、本発明の化粧料の用途は任意であり、ファンデーション、口紅、アイシャドー、マスカラ等のメイクアップ化粧料や乳液、クリーム等のフェーシャル化粧料に用いることができる。

次に、本発明で用いる薄肉板状 α -アルミナ粒子は、例えば以下のようにして製造される。

【0018】

原料である水酸化アルミニウム又はアルミナ水和物をリン酸イオンの存在下で水熱処理することによって製造される。更に具体的な製造法を下記に示すが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0019】

出発原料である水酸化アルミニウム又はペーマイト等のアルミナ水和物は予めボールミルや攪拌媒体ミル等で粉碎して粒度調整を行い、粒径 $0.1\mu\text{m}\sim 5.0\mu\text{m}$ 好ましくは $0.3\mu\text{m}\sim 3.0\mu\text{m}$ の原料粒子のものをを用いる。

【0020】

リン酸イオンは一般にリン酸水溶液が好ましい。例えばナトリウム塩、カリウム塩のようなアルカリ金属塩やアンモニウム塩などのオルトリン酸塩、又、これらの脱水縮合などによって得られるヘキサメタリン酸塩やオルトメタリン酸塩のような各種の縮合リン酸塩でもかまわない。

【0021】

上記した添加剤を水酸化アルミニウム 1 モルに対してリン酸イオンを $3.0 \times 10^{-3} \sim 2.5 \times 10^{-2}$ モルの範囲で、好ましくは $5.0 \times 10^{-3} \sim 1.2 \times 10^{-2}$ モルの範囲で添加する。

【0022】

水熱合成処理は、上記出発原料と添加剤を含み、水を混合した 50 重量% スラリーを作成し、これを圧力容器に充填し、合成温度は 350°C 以上、好ましくは $450 \sim 600^{\circ}\text{C}$ の範囲で、合成圧力は $50 \sim 200$ 気圧、好ましくは $75 \sim 150$ 気圧の範囲で、又、昇温速度を $5^{\circ}\text{C}/\text{分} \sim 0.3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の範囲で、充填した原料が α -アルミナ粒子になるまで水熱処理を行う。

【0023】

例えば、以上のような製造方法により、平均の厚みが $0.01 \mu\text{m} \sim 0.1 \mu\text{m}$ で平均の粒子径が $0.5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ の薄肉板状 α -アルミナ粒子が得られる。

【0024】

本発明の化粧料においては、上記した薄肉板状 α -アルミナ粒子の他に、高級脂肪族アルコール、高級脂肪酸、エステル油、パラフィン油、ワックス等の油分、エチルアルコール、プロピレングリコール、ソルビトール、グルコース等のアルコール類、ムコ多糖類、コラーゲン類、乳酸塩等の保湿剤、各種界面活性剤、増粘剤、酸化防止剤、PH 緩衝剤、防腐剤、香料等の通常化粧料に用いられる原料が適宜選択され配合される。

【0025】

【実施例】

以下本発明を実施例によって更に詳しく説明するが、本発明はこれに限定するものではない。

【0026】

実施例 1 及び比較例 1、2

[薄肉板状 α -アルミナ粉体の製造例]

出発原料である水酸化アルミニウムを予めボールミル等で粉碎し、 $1.0 \mu\text{m}$ に粒度調整を行った。これと水を混合し 50 重量% のスラリーを作製する。

そのスラリー中にリン酸ナトリウムを水酸化アルミニウムに対してリン酸イオンとして 5.0×10^{-3} モル添加し良く混合溶解した。

【0027】

上記原料を圧力容器に充填し、電気炉にて昇温速度 $1.6^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で 600°C 、 75 気圧で 3 時間保持を行った。

容器冷却後純水で水洗、濾過を十分に行い 100°C の乾燥器で 12 時間乾燥して白色の粉体を得た。

【0028】

ここに得られた粉体は粉末 X 線回折の結果、 α -アルミナの回折ピークのみであり、又、この粒子を電子顕微鏡で観察したところ平均粒子径 $2.5 \mu\text{m}$ 、平均厚さ $0.05 \mu\text{m}$ 、アスペクト比 50 の薄肉板状粒子であった。

【0029】

[一般粒状 α -アルミナ粒子の製造例]

出発原料である平均粒径 $25 \mu\text{m}$ の水酸化アルミニウムをアルミナ製の容器に入れ、電気炉にて昇温速度 $3.3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で 1300°C で 2 時間保持を行った。

容器冷却後純水で水洗、濾過を十分に行い、粒度調整のため、湿式ボールミルで 4 時間粉碎し、その後 100°C の乾燥器で 24 時間乾燥して白色の粉体を得た。

【0030】

ここに得られた粉体は粉末 X 線回折の結果、 α -アルミナの回折ピークのみであり、又、この粒子を電子顕微鏡で観察したところ、平均粒径 $3.0 \mu\text{m}$ 、粒子形状は粒状又は不定形の粒子であった。

【0031】

上記粉体を用いたパウダーファンデーションを表-1 に示す配合で調整した。

表-1 に示す粉体 (1) (2) (3) (4) (5) (6) を先にヘンシェルミキサーで混合し、これに (7) (8) (9) を加熱溶解後、先ほどの混合粉体と良く均一混合した後、バルベライザーで粉碎し、これを中皿にプレス成形しパウダーファンデーションを得た。実施例中の配合量は重量%である。

【0032】

次に実施例及び比較例をあげて本薄肉板状 α -アルミナ粒子がもたらす化粧料の効果を示すが、その判定は専門パネラー 5 名による官能評価で付着性、滑り性、光沢、透明感の 4 項目について評価した。

判定基準は最高点を 5 点とする 5 段階評価で 5 名の平均値で評価した。

結果は以下の通りである。

【 0 0 3 3 】

【表 1】

表-1 実施例パウダーファンデーション

成分	配合量 (%)		
	実施例 1	比較例 1	比較例 2
(1) 製造例の薄肉板状アルミナ粉体	5 0	0	0
(2) 製造例の粒状アルミナ粉体	0	5 0	0
(3) タルク	1 5	1 5	4 0
(4) セリサイト	1 5	1 5	4 0
(5) 酸化鉄	4	4	4
(6) 二酸化チタン	6	6	6
(7) スクワラン	6	6	6
(8) 流動パラフィン	2	2	2
(9) ソルビタンセスキオレート	2	2	2
合計	1 0 0	1 0 0	1 0 0
評価			
付着性	4.6	3.4	4.4
滑り性	4.8	2.8	4.6
艶や光沢	4.8	3.0	3.8
くすみの来ない透明感	4.8	4.4	3.2

【 0 0 3 4 】

上記粉体を用いた油性ファンデーションを表-2 に示す配合で調整した。

表-2 に示す粉体 (1) (2) (3) (4) (5) (6) を先にヘンシェルミキサーで混合し、これを (7) (8) (9) を 8 0 ℃ にして溶解した油相中に徐々に加えた後、ホモミキサーで十分均一分散させ、室温まで冷却した。この混合物を金皿に充填して油性ファンデーションを得た。実施例中の配合量は重量%である。

【 0 0 3 5 】

次に実施例及び比較例をあげて本薄肉板状 α -アルミナ粒子がもたらす化粧料の効果を示すが、その判定は専門パネラー 5 名による官能評価で付着性、滑り性、光沢、透明感の 4 項目について評価した。

判定基準は最高点を 5 点とする 5 段階評価で 5 名の平均値で評価した。

結果は以下の通りである。

【 0 0 3 6 】

【表 2】

表-2 実施例 油性ファンデーション

成分	配合量 (%)		
	実施例 1	比較例 1	比較例 2
(1) 製造例の薄肉板状アルミナ粉体	4 0	0	0
(2) 製造例の粒状アルミナ粉体	0	4 0	0
(3) タルク	5	5	2 5
(4) カオリン	5	5	2 5
(5) 酸化鉄	4	4	4
(6) 二酸化チタン	5	5	5
(7) パミルチン酸イソプロピル	1 0	1 0	1 0
(8) 流動パラフィン	2 5	2 5	2 5
(9) マイクロクリスタリンワックス	6	6	6
合計	1 0 0	1 0 0	1 0 0
評価 付着性	4.6	3.2	4.6
滑り性	4.8	3.0	4.6
艶や光沢	4.8	3.0	4.0
くすみの来ない透明感	4.8	4.4	3.8

【 0 0 3 7 】

【発明の効果】

以上のように、本発明で得られた化粧料は、配合された薄肉板状 α -アルミナ粉体の粒子形状及び表面の滑らかさにより、肌に対する付着性と良好な滑り性を示すと共に、 α -アルミナと油性成分の屈折率の適度な差がもたらす隠蔽性により肌のシミ、ソバカスをめだたなくし、又、天然品のような着色成分を含まず、非常に薄い表面が滑らかな薄肉板状形状であるから、汗や油によるくすみのこない透明感と適度な艶と光沢が得られる化粧料を提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 肌に対する付着性と良好な滑り性を示すと共に、隠蔽性により肌のシミ、ソバカスを目立たなくし、くすみのこない透明感と艶、光沢が得られる化粧料を提供する。

【解決手段】 板状粒子の平均の厚みが $0.01\mu\text{m} \sim 0.1\mu\text{m}$ で、平均の粒子径が $0.5\mu\text{m} \sim 15\mu\text{m}$ の薄肉板状 α -アルミナ粒子を配合してなることを特徴とする化粧料。

【選択図】 なし

特 2000-114625

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2000-114625
受付番号	50000478890
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成12年 4月18日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 4月17日
-------	-------------

次頁無

特2000-114625

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006828]

1. 変更年月日	1994年 8月19日
[変更理由]	名称変更
住 所	東京都千代田区神田和泉町1番地
氏 名	ワイケイケイ株式会社